УДК 621.762

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА МЕТОДОМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ВЗРЫВА ПРОВОДНИКОВ

А.П. Ильин, О.Б. Назаренко, Д.В. Тихонов, Г.В. Яблуновский

ФГНУ «НИИ высоких напряжений». г. Томск
E-mail: labor14@mail2000.ru

Исследован дисперсный состав нанопорошков, полученных с помощью электрического взрыва вольфрамовых проводников в различных газовых средах. Установлены факторы, способствующие увеличению дисперсности порошков: пониженное давление газовой среды, окружающей проводник при взрыве и использование добавок химически активных газов. Показана возможность получения нанодисперсных порошков вольфрама, характеризующихся максимумом распределения частиц по диаметрам в области менее 100 нм.

Введение

Порошки вольфрама находят широкое применение в качестве добавок при изготовлении специальной стали, основного компонента сверхтвердых и жаропрочных сплавов, используемых для производства режущего инструмента, штампов, работающих в условиях высоких температур и др. Существенное улучшение характеристик конструкционных материалов может быть достигнуто при использовании порошков нанодисперсного диапазона. Одним из методов получения нанопорошков (НП) металлов является электрический взрыв проводников (ЭВП).

Применимость метода ЭВП для получения НП вольфрама была показана в работах [1, 2]. Было установлено, что фазовый состав электровзрывных порошков вольфрама включает полиморфные модификации α-W и β-W, а поверхностный слой вольфрамовых частиц, образующийся при пассивации на воздухе, состоит из оксида W_3O. Особенностью НП вольфрама, полученных методом ЭВП, является образование β-W. Эта фаза имеет пониженную рентгеновскую плотность (19,1 г/см^3) в сравнении с α-W (19,3 г/см^3). По данным работы [3] оксидный слой наиболее мелкой фракции порошка представляет собой хорошо окристаллизованный оксид W_3O, а более крупные частицы покрыты аморфным оксидным слоем, элементный состав которого близок к WO_2.

Содержание β-W в электровзрывных НП вольфрама достигает 30...40 мас. %. Повышение удельной введенной в проводник энергии вызывает рост содержания β-W, что объясняется увеличением скорости разлета продуктов ЭВП, и, следовательно, скоростей охлаждения разлетающихся продуктов взрыва. Это приводит к стабилизации высокотемпературной модификации β-W [2]. В то же время, в работах [1, 2] нет четких сведений о влиянии на характеристики вольфрамовых порошков состава окружающей газовой среды и энергии дуговой стадии.

Целью данной работы являлось исследование влияния энергетических параметров электрического взрыва – введенной в проводник энергии и энергии дуговой стадии и состава газа на дисперсность порошков, образующихся при электрическом взрыве вольфрамовых проводников.

Материалы и методики экспериментов

Нанопорошки получали на опытно-промышленной установке УДП-4Г, электрическая схема которой показана на рис. 1. Основными элементами установки являлись: генератор импульсных токов, блок осциллографической регистрации разрядного тока в контуре и напряжения на взрываемом проводнике, разрядная камера. Накопитель энергии состоял из батареи конденсаторов

ИК-100-0,25. Измерение тока в контуре проводилось с помощью омического шунта и осциллографа С8-17. Напряжение на взрывающемся проводнике измерялось с использованием омического делителя напряжения. Коммутация накопителя энергии и взрываемых проводников проводилась с помощью управляемого искрового разрядника, который запускался поджигающим импульсом, подаваемого с блока запуска. Электрический взрыв проводников осуществляли в режиме «быстрого взрыва» с бесконечной паузой тока или с дуговой стадией. Энергетические параметры электрического взрыва регулировались путем изменения зарядного напряжения, величины зарядной емкости или геометрическими характеристиками взрываемого проводника. Величина удельной введенной в проводник энергии (e) принимала значения от 0,4 до 1,5e_c (e_c – энергия сублимации материала проводника), а энергии дуговой стадии ($e_д$) – от 0,7 до 1,7e_c. Параметры электрического контура установки: емкость батареи конденсаторов C=2,32 мкФ; напряжение зарядки накопителя энергии U=15...30 кВ; индуктивность разрядного контура L=0,58 мкГн.

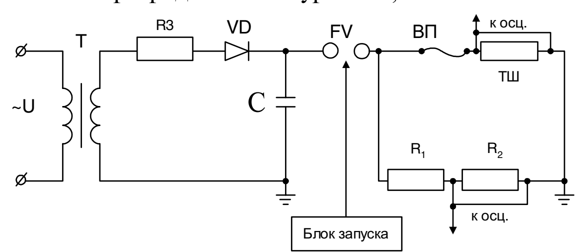


Рис. 1. *Электрическая схема установки УДП-4Г для получения нанопорошков: Т – трансформатор, R3 – зарядное сопротивление, VD – выпрямитель, С – емкостной накопитель энергии, FV – разрядник, ТШ – токовый шунт, R1, R2 – делитель напряжения, ВП – взрываемый проводник*

Для получения нанопорошков взрывали вольфрамовые проводники диаметром d=0,2 и 0,3 мм, длиной l=50...80 мм. Содержание примесей металлов в вольфрамовом проводнике составляло ~0,4 % мас.

Полуколичественный фазовый анализ состава полученных порошков проводился с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3,0 с использованием CuKα-излучения трубки. Дисперсность и форма частиц определялась с помощью растрового электронного микроскопа JSM-840. Определение площади удельной поверхности ($S_{уд}$) порошков осуществлялось с помощью метода низкотемпературной адсорбции азота (метод БЭТ).

Результаты и обсуждение

Хорошо известно [4, 5], что повышение энергии, введенной в проводник, приводит к увеличению дисперсности порошков, получаемых методом ЭВП. Для исследования влияния энергетических характеристик ЭВП на дисперсность НП вольфрама проволочки взрывали в атмосфере аргона при давлении газа 1,5 атм. Условия получения порошков и значения площади удельной поверхности представлены в табл. 1.

Таблица 1. *Площадь удельной поверхности электровзрывных порошков вольфрама в зависимости от энергетических параметров*

№	U, кВ	l, мм	e/e_c	$e_д/e_c$	$S_{уд}$, м²/г
1	28	80	0,87	0,76	1,9
2	28	60	0,81	1,26	1,8
3	28	50	0,64	1,67	1,9
4	23	50	0,68	0,98	1,7
5	20	50	0,48	0,73	1,6

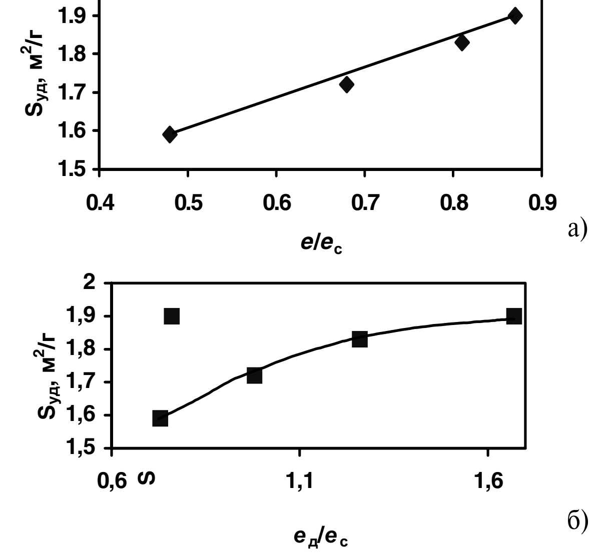


Рис. 2. *Зависимость площади удельной поверхности электровзрывных порошков вольфрама от удельной энергии: а) введенной в проводник; б) дуговой стадии*

На рис. 2 показаны зависимости площади удельной поверхности порошков от введенной в проводник энергии и от удельной энергии дуговой стадии разряда. Видно, что к увеличению дисперсности приводит как повышение удельной введенной в проводник энергии, так и повышение удельной энергии дуговой стадии.

Следует отметить, что при одном и том же напряжении 28 кВ (табл. 1, образцы 1–3) уменьшение длины проводников с 80 до 50 мм приводит к относительно медленному уменьшению электрической энергии, введенной в проводник, и к интенсивному росту энергии дугового разряда. При этом площадь удельной поверхности порошков остается практически постоянной (1,8...1,9 м²/г). При постоянной длине проводников (50 мм) снижение напряжения, подаваемого на взрываемые проводники, с 28 до 20 кВ, приводит к уменьшению как энергии, введенной в проводник, так и энергии дуговой стадии. Площадь удельной поверхности порошков в этом случае также уменьшается с 1,9 до 1,6 м²/г.

По данным электронно-микроскопических исследований [2] частицы порошков вольфрама имеют сферическую форму и негладкую поверхность. Наряду с частицами микронной фракции в порошках имеется фракция частиц, диаметр которых менее 100 нм. Мелкие частицы покрывают поверхность частиц микронных диаметров и образуют от-

дельные агломераты. Необходимо отметить, что все частицы представляют собой сферы, что указывает на прохождение их через жидкофазное состояние и на действие сил поверхностного натяжения.

Для исследования влияния состава газа на дисперсность порошков вольфрама эксперименты по электрическому взрыву вольфрамовых проводников различных диаметров были проведены в следующих средах: в атмосфере аргона, в аргоне с добавкой 10 об. % азота, в азоте и в азоте с добавкой 5 об. % H_2. Условия экспериментов и значения площади удельной поверхности полученных порошков представлены в табл. 2. Давление газа во всех случаях составляло 1,5 атм, кроме образца 9, который был получен при ЭВП в среде азота при давлении 0,3 атм. Длина взрываемых проводников l = 60 мм.

Результаты, представленные на рис. 4, показывают, что состав газа существенно влияет на дисперсность порошков. Так, использование азота в качестве окружающей среды при ЭВП диаметром 0,2 мм позволило получить порошки вольфрама с наибольшей площадью удельной поверхности. При электрическом взрыве проводников диаметром 0,3 мм в аргоне с добавкой азота также получены порошки высокой дисперсности.

Порошки вольфрама наибольшей дисперсности удалось получить, понизив давление азота до 0,3 атм. Площадь удельной поверхности порошков в этом случае составила 2,6 м²/г (рис. 3).

Таблица 2. *Площадь удельной поверхности электровзрывных порошков вольфрама в зависимости от состава газа во взрывной камере*

№	d, мм	U, кВ	e/e_c	$e_д/e_c$	Газ	$S_{уд}$, м²/г
1	0,2	13,7	0,45	0,78	Ar	1,5
2	0,2	13,7	0,50	0,74	Ar+10 об. % N_2	1,8
3	0,2	13,7	0,52	0,72	N_2	1,9
4	0,2	13,7	0,53	0,71	N_2+5 об. % H_2	1,9
5	0,3	22,9	0,35	1,12	Ar	1,9
6	0,3	22,9	0,35	1,13	Ar+10 об. % N_2	2,4
7	0,3	22,9	0,69	0,82	N_2	1,7
8	0,3	22,9	0,67	0,84	N_2+5 об. % H_2	1,7
9	0,3	22,9	0,43	0,93	N_2, 0,3 атм	2,6

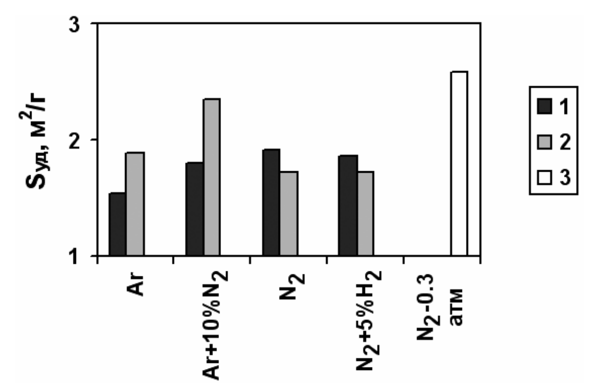


Рис. 3. *Зависимость площади удельной поверхности электровзрывных порошков вольфрама от состава газовой среды во взрывной камере: 1) d=0,3 мм, 2) d=0,2 мм, 3) давление 0,3 атм*

Более высокая дисперсность нанопорошков при взрыве в азоте при пониженном давлении (образец 9, табл. 2) в сравнении с нанопорошками, сформировавшимися в аргоне (образцы 1 и 5, табл. 2) и в азоте (образцы 3 и 7, табл. 2), может объясняться влиянием пониженного давления во взрывной камере. При пониженном давлении плотность продуктов взрыва при разлете понижается быстрее, чем при взрыве в условиях повышенного давления, и вероятность коагуляции и спекания частиц уменьшается.

Выводы

1. При электрическом взрыве вольфрамовых проводников в газах дисперсность конечных продуктов – нанопорошков определяется соотношением длины, диаметра проводника, введенной в проводник энергии и энергии дуговой стадии. В исследованных диапазонах энергии площадь удельной поверхности продуктов взрыва слабо зависит как от величины введенной в проводник электрической энергии, так и от энергии последующей дуговой стадии и составляет 1,6...1,9 м²/г.
2. В качестве наиболее значимого параметра регулирования дисперсности может быть использовано понижение давления газа во взрывной камере до 0,3 атм и использование химически активных газов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Давыдович В.И. Разработка технологического процесса и оборудования для электровзрывного получения порошков металлов с низкой электропроводностью: Дис. ... канд. техн. наук. – Томск, 1986. – 254 с.
2. Тихонов Д.В. Электровзрывное получение ультрадисперсных порошков сложного состава: Дис. ... канд. техн. наук. – Томск, 2000. – 237 с.
3. Громов А.А., Ильин А.П., Верещагин В.И. Исследование процесса окисления электровзрывного нанопорошка вольфрама в воздухе // Известия Томского политехнического университета. – 2003. – Т. 306. – № 6. – С. 59–62.
4. Чейс В. Введение // Электрический взрыв проводников: Сб. науч. тр. Под ред. А.А. Рухадзе. – М.: Мир, 1965. – С. 7–11.
5. Котов Ю.А., Яворовский Н.А. Исследование частиц, образующихся при электрическом взрыве проводников // Физика и химия обработки материалов. – 1978. – № 4. – С. 24–29.